公報(B2) (Ⅲ)₩₩₩₩ (Bb) (Ⅲ)₩₩₩

特許第3241003号 (P3241003)、

 (45)発行目 平成13年12月55日(2001.12.25)
 (24)登長日 平成13年10月19日(2001.10.19)

 (1)IntCl.\*
 機別記号
 FI

 G 0 3 G 9/08
 3 6 5
 G 0 3 G 9/08
 3 6 5

 9/087
 3 8 1
 3 8 1

耐水項の数7(全20頁)

(21)出版番号	(21) 出顧番号 特國平10-249852	(73) 特許權者	(73) 梅許權者 000005496	
			富士ゼロックス株式会社	
(22) 出貿日	平成10年9月3日(1998.9.3)		東京都港区赤坂二丁目17者22号	
		(72) 発明者	石山 小本雄	
(65) 公開番号	<b>存居2000-81721(P2000-81721A)</b>		种亲川県南足柄市竹松1600番地	第十年
(43)公開日	平成12年3月21日(2000.3.21)		ロックス株式会社内	
客查話次日	平成11年9月13日(1999. 9.13)	(72) 発明者	片 一种	
			神奈川県南足柄市竹松1600番地	第十七
			ロックス株式会社内	
		(72) 発明者	和口 数等	
			神奈川県南足橋市竹松1600番地	第十七
			ロックス株式会社内	
		(74)代理人	100075258	
			弁理士 吉田 研二 (外2名)	
		都査官	看野 芳男	
			超林瓦门城へ	1186

(54) 【発明の名称】 酢電荷現像用トナー及びその製造方法、現像剤、並びに画像形成方法

(51) [特許請求の範囲]

【請求項』】 着色剤及び結婚性脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的結算性調度より求めた複形時間に=10×Dt (Dt : 定徴時の加熱時間)における超的項=10×Dt (力t : 定徴時の加熱時間)における超路理性なら(t)が20×10<sup>2</sup>~3.0×10<sup>3</sup> Pの範囲にあり、かつ酸価が10~50 mkt0Hであることを特徴とする静気初現場用トナー。

「請求項2」 着色剤及び結婚性脂を含有する静電荷現像用トナーにおいて、勧約結済性調定より求めた緩和時間0.01 secにおける緩和弾性毎G(= 0.01) が2.0 ×10<sup>2</sup> ~3.0 ×10<sup>4</sup> Paにあり、かつ鞣酸和弹性率G(= 0.01) と緩和時間0.1 sec における機和弾性率G(=0.01) と緩和時間0.1 sec における機和弾性率G(=0.11) と超和時間0.1 sec における機和弾性率G(=0.11) の範囲にあり、かつ酸価が10~50 mg/OHであることを特の範囲にあり、かつ酸極が10~50 mg/OHであることを特

「請求項3】 前記静電荷現像用トナーに確型剤を配合 してなることを特徴とする請求項1又は2記載の静電荷 現像用トナー。

【酵来項4】 1μm 以下の樹脂做粒子を分散した樹脂 做粒子分散液、及び着色剤粒子分散液を混合し、樹脂做 粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の凝集粒子分散液を形 成した後、前配梢脂微粒子のガラス転移点以上の温度に 加索して融合・合一する整電荷現像用トナーの製造方法 において、前記着色剤粒子として、酸価が10~50 mk/H 10 を有する医性樹脂做粒子を0.4 ~10重金%の範囲で核積 してなるものを使用することを特徴とする時来項1~3 0・ずれか1項に記載の静電荷現像用トナーの製造方 【静水項5】 前記磁集粒子分散液を形成した後、離型剛粒子分散液及び/又は表面修飾のための樹脂做粒子を

**散とする静電荷現像用トナー。** 

**条許第3241003号** 

8

1

分数させた相脂徴粒子分数液を乾加・混合し、前配磁媒 A 粒子表面に前配粒子を付着させ、次いで、前配繊維な子 質中型面に前配粒子を付着させ、次いで、前配線粒子 チョカウラス 中の相脂徴粒子及び前配表面修飾用相脂徴粒子のガラス が容移点以上の温度に加熱して融合・合一することを特徴 J する間水項4に配戴の静電布現像用・ナーの製造方 カ

【請來項6】 キャリアとトナーとを含有する静電荷現像剤において、前配トナーが請求項1~3のいずれか1項に記載の静電荷現像用トナーであることを特徴とする・静電荷現像用現像剤。

「耕水項7】 静電布像担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤扭特体上の現像剤で前記静電路像を現像してトナー画像を形成する工程、及び前記トナー画像を転写体上に転写する工程を含む画像形成方法において、前記現像剤が請求項6記載の静電布現像用現像剤であることを特徴とする画像形成方法。

[発明の詳細な説明]

[0001] [発明の属する技術分野] 本発明は、電子写真法、静電 配録法等により形成される静電潜像を現像剤で現像する ときに用いる静電荷現像用トナー及びその製造方法、現 像剤、並びに画像形成方法に関する。

0002}

【従来の技術】電子写真法など静電布像を経て画像情報を可視化する方法は、現在様々な分野で利用されている。電子写真法では帯電、露光工程により感光体上に静電布像を形成し、トナーを含む現像剤で静電潜像を現像し、転写、定着工程を経て可視化される。

[0003] ここで用いられる現像剤には、トナーとキャリアからなる2成分現像剤と、磁性トナー又は非磁性トナーを単独で用いる1成分現像剤とが増化したいる。トナーの製造には、通常、熱可塑性機能を着色剤、毒電関菌剤、ワックななどの確型剤ととして溶酸低臭した剤に、質別で、対ないる。これらトナーは、必要に応じて流動性やクリーニング性を改善するために振機や有機の微粒子をトナード子表面に添加することもある。これらの微粒子の下加により、かなり優れた・ナーを製造できるが、次のようないくへかの問題点がある。

[0004]通常の原模的な社では、トナーの形状及び数面構造は不定型でもり、使用材料の粉砕性や粉砕工種の条件により、それらは彼がに変化するため、トナーの形状及び接面構造を制御することは困難であった。また、現模粉砕むでは材料造状の範囲に開約がある。具体的には、粉砕前の溶融症媒物が十分に前に、発発的に可能な製造装置で容易に微粉砕される物でなければならない。ところが、その要求を徴たすために前部路離脱媒的を脆くすると、現像機中でトナーに加わる機械的社ががなってった。トナー形状に変化をきたすことがある。これらの影響は、2

成分現像剤では前配徴粉がキャリア殻面に固着し、現像剤の希電劣化を加速したり、1成分現像剤では粒度分布が拡大してトナー飛散を生じたり、トナー形状の変化により現像性を低下させ、面質の劣化を生ずるという問題がキャー

[0005]また、これら粉砕器によるトナーにワックスなどの確型剤を多量に内部しても、第可塑性根間との組み合せによっては、トナー表面への確型剤の顕出が約 間されてしまうことが多い。特に、トナーに配合されるの あ分子産成分によりトナーの単柱が増し、やや粉砕され 離くなった相間と、パリエケレンのような能いフックス 離くなった相信と、パリエケレンのような能いでックス 様く見られる。これは定路時の確型性や感光体上からの未転等トナーのクリーニッグには希向であるが、トナー教園のボリエチレンが提供力で現像ロール、易光体・キャリアなどの被固に容易に移行して、それらを汚染し、価値機性を低下させることになる。

[0006] さらに、トナー形状が不定型であることにより消動性均倒を添加しても十分な消動性を循係できないことがあり、独内の機械的せん断力によりトナー被面の微粒子がトナー回泊の気をして発命的にトナーの消動性を低下させたり、流動性助列がトナー付割に違役して現候性、病写性、クリーニング性が悪化する。また、クリーニング工程で回収されたトナーを再び現像機に戻して使用すると、さらに面質が低下する。これらを防ぐために、さらに流動体型剤を増加すると感光体上に無点が発生したり、流動体型剤粒子が飛散するという問題がが発生したり、流動体型剤粒子が飛散するという問題が

及び特開平6-250439号公報では乳化塩合凝集法 方法は、形状をある程度制御でき、帯電性、耐久性の改 乳化重合法により樹脂分散液を作成し、他方溶媒に着色 よって融合・合一させるトナーの製造方法である。この 【0007】近年、トナー形状及び装面構造を積極的に 30 制御する方法として、特開昭63-282752号公錄 剤を分散した着色剤分散液を作成し、これらを混合して トナー粒径に相当する磁集体を形成し、加熱することに になることから、定春時の定春シートの剣橋柱、OHP 簪を図ることができるが、トナーの内部構造がほぼ均一 【0008】上記のように電子写真プロセスは、横々な 機械的ストレス下においてトナーが安定した性能を発揮 一自体の機械的強度を向上させ、かつ帯観性と定着性の かつ定着性を損なわずに表面硬度を高くすると共にトナ によるトナーの製造方法が提案されている。これらは、 を出力するときの透明性の安定化に問題を残していた。 するためには、鶴型剤のトナー桜面への腐出を抑制し、

[0009] さらに近年では、祐画質化のみならず、マンンの協選化や省エネルギー化に対する要求も高まり しめる。棒に、最近需要の場加しているデジタルン・ガラー核写像やプリンターにおいてはど、イエロー)、M

(マゼンタ) 、C(シアン)、Bk(黒)の各現像剤を 用い、減色混合作用を利用して現像するため、白黒雄に る。また、従来の中心であった文字原稿のみならず、年 買・給などベタ画像の複写/プリントも多くなることを 鑑みると、より低温域での定着における高倍類性が要請 比し、多量の現像剤を用いて画像を形成することにな されている。

に密着させると共に定着ロールにオフセットなどを発生 させずに、かつ、定着後にストレスにより画像欠損を起 時、即ち短時間の加熱・加圧で、トナー画像を紙に確実 [0010] 前記の要請を満たすためには、萬速定着 こすことなく、良画質を得ることが要求される。

[0011] これらに対し、例えば特開平8-1015 によって、低温定着性と耐オフセット性の両立を狙った 分の粘弾性差により、得られた定着画像の表面及び内部 し、かつ低分子量成分及び高分子量成分を併用すること 方法が提案されている。この方法は、分子量各成分によ ろうが、定者工程における極短時間の加熱時の各々の成 が共に均質にはなり難く、グロスむらや折り曲げ等のス る機能分担という点ではある程度の効果が得られるであ 31号公報では、結婚樹脂から極低分子量成分を排除 トレスで欠損が発生しやすくなる。 【0012】また、画像の定着ロールからの製桶いわゆ 到物質の移行によりボールペンの書き込みや粘着テープ る艦型性について、棒にカラー複写機等において、定着 に塗布する方法が多用されている(特関平4-3088 18号公銀母)。しかしながら、経時的な艦型剤物質の 劣化に伴いその効果が大きく低下したり、定格装置の大 ローク装面に艦型剤(多くはシリコーンオイル)を毡ー 型化、複雑化に伴うコストアップ、転写材装面への艦型 の貼り付けが不可能になるといった不具合が生ずる。

みだしを安定でから均一に行うことができないため、刺 ス定発用のトナーを提案している。しかし、多量の離形 おいて各材料の分散性は、前述の応播像の概への密播性 は、トナー中に大量の騒形剤成分を内包させたオイルレ 剤を添加すると、ある程度は刺離性が改善されるが、パ インダー成分と臨形剤とが柏路性を発揮し、艦形剤のし 箱の安定性を得ることはできない。また、トナー内部に や定者ロールからの剣雕性、定着後の折り曲げ耐性やグ ロスのみならず、OHP透明性等の総合的な定着性能に [0013] そこで、特開平5-61239号公報で

れず、結果的に定着性を十分に改善性することはできな る樹脂を積極的に導入し、離形剤の内包性としみだし性 別えば特開平2-105163号公報に、極性甚を有す 雑形剤のしみだし性をおる程度改善し、その内包性を向 着色剤の分散性の改善については、効果がほとんど得ら [0014] 離型剤の分散性を改善する方法としては、 を向上させることが提案された。しかし、この方法は、 上させるが、トナー内における離形剤の位置の制御や、

帯開 14 - 188156号公義に、ペインダー被‰を構 面を予め処理することが提案された。この方法は、ある 程度の着色剤分散性を得ることはできるが、ワックス内 への着色剤粒子の抱き込みが発生し、トナー内部では制 御されないままに着色剤粒子同士の凝集構造が形成され 成するモノマー成分やワックス成分等により着色剤の装 る。その結果、前配の各種不具合に加えて、特にOHP [0015] 着色剤の分散性を改善する方法としては、 の安定な透明性を得ることは難しい。

【0016】このようにトナー画像の紙への密着性、定 **しいては、トナー及びその構成材料の加熱時の溶融学動** や構造形成制御が重要であるが、一般的には、これらの **育ロールからの剣離性、離型剤及び着色剤の分散性等に** 定量的確認に際して動的粘導性測定から得られる複和導 性率、緩和時間といった尺度が用いられる。

の時の初期応力を $S_0$ 、時間 $t_1$  経過後の応力を $S_1$ とした場合、 $S=S_0$ ・ $e^{-1/t}$ と表され、時間 $t_1$  がtと等 和挙動は、結潛樹脂の粘弾性や樹脂内に分散された離型 【0017】 一般にトナー等の被測定物に一定盈みを与 しくなる時の時間を撥和時間と定義する。また、緩和弾 性率とは応力Sを変形量で割った値である。この応力緩 その容融状態を緩和挙動、即ち、緩和弾性率と緩和時間 を用いて表すことができるが、トナー定着時の容融举動 えた場合、発生した応力は指数減衰的挙動を示すが、こ 剤等の構造、大きさ、量等の影響を大きく受けるため、 及び粘弾性制御に積極的に適用した例は未だない。

点を解消し、定着シートの刺離性、定着像の付着性、定 透明性等の定着特性に優れ、かつ高画質な定着画像を提 [発明が解決しようとする課題] 本発明は、上記の問題 着像の折り曲げ耐性、トナー内の離形剤分散性、OHP 供できる静電荷現像用トナー及びその製造方法、現像 剤、並びに画像形成方法を提供しようとするものであ 0018

「課題を解決するための手段」本発明者等は、上記問題 点を克服するために鋭意検討した結果、次の構成を採用 することにより、その問題を解決することができ、本発 明を完成した。 [0019]

面が10~50 mgKCHであることを特徴とする静電荷現像用 (1) 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナー において、動的粘弾性測定より状めた緞和時間 t = 10 × Dt (Dt:定着時の加勲時間)における級和弾性率G (t) が2.0 ×10<sup>2</sup> ~3.0 ×10<sup>3</sup> Paの簡囲にあり、か**心**酸

現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和 [0020] (2) 着色剤及び結潜樹脂を含有する静電荷 時間0.01 secにおける級和弾性率G(t= 0.01) が2.0 × 102~3.0 ×104 Paにあり、かつ、核殻和弾性率G(t=

1) との比G(r) [G(t=0.01)/G(t=0.1)] が1.0~1 8.0の範囲にあり、かつ数価が10~50 mgKOHであること 3.01) と級和時間0.1 sec における級和導性事员(t=0. を特徴とする静電荷現像用トナー。

(3) 前配静電荷現像用トナーに離型剤を配合してなるこ とを特徴とする前記(1) 又は(3) 記載の静電荷現像用ト

るものであることを特徴とする前配(1) ~(3) のいずれ 【0021】(4) 前記離型剤が、ASTEN D3418-8 に導換 して測定された主体極大ピークが50~140 ℃の範囲にあ か1 つに記載の静電荷現像用トナー。

特徴とする前記(1) ~(4) のいずれか1つに記載の静電 (5) 透過型電子顕微鏡(TDN) により測定された平均粒径 **が 150~1500 nm の範囲にある離型剤を含有することを** 荷現像用トナー。 (6) 前記離型剤を 5~25嵐最節の範囲で含有することを 特徴とする前配(4) 又は(5) 記載の静電荷現像用トナ

れた前記着色剤の平均粒径が 100~330 皿の範囲にある [0022] (7) 透過型電子顕微鏡(TEN) により測定さ ことを特徴とする前配(1) ~(6) のいずれか1つに記載 の静電荷現像用トナー。

[0023] (9) 前記トナーの体積平均粒径 D<sub>50</sub>y が 2 (8) 前記着色剤の含有量が 4~15重量%の範囲にあるこ ~9 zuの範囲にあり、かつ、その体徴平均粒度分布指 標GSDv (Dgdy /Dlgy ) が1.30以下であり、かつ、その体 84p /Dl6p ) との比(GSDv/GSDp) が0.95以上であること 積平均粒度分布指標GSDv と数平均粒度分布指標GSDp(D とを特徴とする前記(1) 記載の静電荷現像用トナー。

とする前記(1) ~(9) のいずれか1つに記載の静電荷現 (10)前記トナーの形状係数SF1 [ (周囲長の2乗/投影 面積) の平均値] が110~140 の範囲にあることを特徴 電荷現像用トナー。

を特徴とする前記(1) ~(8) のいずれか1つに記載の静

(11) 前記静電荷現像用トナーの帯電量が20~40 μ C/g の 節囲にあることを特徴とする前配(1) ~(10)のいずれか 1 しに記載の静電荷現像用トナー。

[0024] (12) 1 um 以下の樹脂做粒子を分散した樹 指做粒子分散液、及び着色剤粒子分散液を混合し、樹脂 生において、前記着色剤粒子として、酸価が10~50mgKO 微粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の凝集粒子分散液を 形成した後、前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度 に加熱して融合・合一する静電荷現像用トナーの製造方 H を有する極性樹脂微粒子を0.4 ~10重量%の範囲で被 (11)のいずれか1つに記載の静電荷現像用トナーの製造 覆してなるものを使用することを特徴とする前配(1)

50 0.1) との比G(r) [G(t=0.01)/ G(t=0.1)] が1.0~ 型剤粒子分散液及び/又は表面修飾のための樹脂微粒子 [0025] (13)前配磁集粒子分散液を形成した後、離

特許第3241003号

3

を分散させた樹脂做粒子分散液を添加・混合し、前配凝 集粒子表面に前配粒子を付着させ、次いで、前配擬集粒 子中の樹脂微粒子及び前記表面修飾用樹脂微粒子のガラ ス転移点以上の温度に加黙して融合・合一することを特 徴とする前記 (12)に記載の静電荷現像用トナーの製造方

に、少なくとも1種の金属塩の重合体を添加することを 特徴とする前記(12)又は(13)に記載の静電荷現像用トナ [0026] (14) 前記疑集粒子分散液を形成するとき 一の製油方法。 2

(15)前記金属塩重合体が少なくとも1種のアルミニウム の無機金属塩の重合体であることを特徴とする前配(14) 記載の静電荷現像用トナーの製造方法。

[0027] (16)前記着色剤粒子として、酸価が10~50 2/(15) のいずれか 1 つに配載の静電荷現像用トナーの ngKOHを有する極性樹脂微粒子を0.4~10重量%の範囲 で被覆してなるものを使用することを特徴とする前記(1

【0028】 (17)キャリアとトナーとを含有する静電荷 現像剤において、前記トナーが前配(1) ~(11)のいずれ か1つに記載の静電荷現像用トナーであることを特徴と する静電荷現像用現像剤。 ន

(18)前記キャリアが樹脂被覆層を有することを特徴とす る前記(17)に記載の静電荷現像用現像剤。

[0029] (19)静電荷像担持体上に静電階像を形成す る工程、現像剤担特体上の現像剤で前記静電潜像を現像 してトナー画像を形成する工程、及び前記トナー画像を 前記現像剤が前記 (17) 又は (18) に記載の静電荷現像用現 転写体上に転写する工程を含む画像形成方法において、

(20) 前記トナー画像をオイルレス定着法で定着すること を特徴とする前記(19)に記載の画像形成方法。 像剤であることを特徴とする画像形成方法。

(21) 前配転写体上のトナー画像をフッ架樹脂麥面層を備 えた定着ロールを用いて画像を形成することを特徴とす る前記(19)又は(20)に記載の画像形成方法。

た静電荷現像用トナーを現像装置にリサイクルする工程 (22)トナー画像の形成に使用されなかった会分な静電荷 現像用トナーを回収する工程と、前配回収工程で回収し とを含むことを特徴とする前配(19)~(21)のいずれか1

**しに記載の画像形成方法。** 

より水めた緩和時間 t = 10×Dt (Dt :定着時の加熱 含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定 時間) における機和弾性率G(t) が2.0 ×10<sup>2</sup> ~3.0 × G (t=0.01)と級和時間0.1 secにおける扱和弾性率G (t= 【発明の実施の形態】本発明は、着色剤及び結着樹脂を 103 Paの範囲に觸整するか、又は、動的粘弾性測定より 求めた緩和時間0.01 secにおける緩和弾性率G(t=0.01) が2.0×10<sup>2</sup>~3.0×10<sup>4</sup> Paにあり、かつ数観和導性學

18.0の範囲にあるように調整することにより、定着シートの刺離性、定着像の付着性、定着像の折り曲げ耐性、トナー内離型剤の分散性、OHP透明性等の定省特性に長れ、活画質の定着画像の耐久性を提供できる静電荷現像用トナーを完成するに至った。

[0031] 本発明は、発色剤と結準樹脂を含有する静態市現像用トナーにおいて、動的結構性間により求めた 級和時間 1 = 10×Dt (Dt: 定着時の加熱時間)における機利時間 1 = 10×Dt (Dt: 定着時の加熱時間)における機利時程に対するの10<sup>2</sup>~3.0×10<sup>3</sup> Paの範囲に顕数するのが適当である。前配機和時間における機和強性容 (f)が2,0×10<sup>2</sup> Paを下回ると、十分なトナー間の機 組力が結られず、オフセット現象や特に低温側の契欄ではの関色なる。さらに、定着画像においても、折り曲げなどのストレスによる画像の大規が発生しやすくなる。他方、緩和導性率(f)が3,0×10<sup>3</sup> Paを越えると、転手シートへの浸透性及び密着性が高化し、十分な 定発強度が得られなくなり、また溶酵時のトナーの粘度が高くなさため、装面グロス低下及び画像ムラ等の画質低下を引き起こす要因となる。

[0032]また、本発明は動的粘弾性固定より求めた との比G (r) [G(t=0.01)/G(t=0.1)] が1.0 ~18.0 の範囲にあるように調整するのが適当である。极和強性 **合が生ずる。また、級和弾性率の比G(r) 【G(t=0.01)** G(t=0.1) ] が1.0 を下回ると、定路画像の光沢むら 3.01)と級和時間0.1 sec における級和弾性 4.1) 卒G (t=0.01)が2.0 ×10<sup>2</sup> Paを下回ると、オフセットや **超えると、定着画像の光沢が得られにくいといった不都** る。 級和導性 ΦG (t=0.01)の好ましい範囲は、2.3×10 2 ~2.8 ×104 Paであり、数哲容性母の氏G(r) (G(t =0.01)/ G(t=0.1) ]の好ましい範囲は、1.0~17.0で 段和時間0.0lsec における級和弹性率G(t=0.0l)が2.0 ×10<sup>2</sup> ~3.0 ×10<sup>4</sup> Paにあり、かつ敏級和弾性率G(t= **定着画像の表面あれ等の不都合が生じ、3.0 ×10⁴ Paを** が生じやすいといった不都合が生じ、18.0を超えると、 定君ラチチュードが得られないといった不都合が生ず

【0033】本発明における複布学性等及び複和時間は、正弦数類制により圏を数分数測定法により割定した動的指導性から求めた。動的結準性の割定にはレナメトリックサイエンティフィック社製ARES割定機職を用いた。動的結準性の割定は、トナーを経剤に成形した後、25 m 径のパラレイグ・ナードセットし、ノーマルコギンをも、立弦波響を表え、割定は100~700円とし、160~至で経験した。別定は100~70円のが、割定開始といるでは関数器を用いていて、アクーバルインが、制定開始をの定機を表して、UU)とした。また、割定用を強適に関係におけるウギン組を感じに維持し、第正な割定値が得られるように適宜調整した。これらの各割流通度において得られた割定指果より複和導性率、緩和時間度において得られた割定指果より複和導性率、緩和時間

1 1

[0034]本発明におけるトナーの敬価は、離型剤性子、溶色剤粒子のトナー中への内包性を向上させ、安定させるばかりではなく、帯電性にも重要なものであり、10~50 mg-NGH の範囲が適当である。前記録値が10 mg-NGH 未積では、離型剤粒子、着色剤粒子の内包性、安定性が低下しやすく、希電性も低下しやすくなる。また、50 mg-NGH を超えると、酸価を付与する成分が採摘しやすくなり、定着性が低下しやすくなる。

10 035] 本発明の構型剤は、平均粒径が150~1500 nm の範囲の粒子として、静電荷現像用・ナー中に分散 させ、5~25重金の範囲で含有させることにより、オ イルレス定着方法における定差面像の刺離性を向上させ た。好ましい範囲は、平均粒径は160~1400m、含有量 は 7~23重分である。本発列において構型剤は子の故 履の順序は、疑惑位子形成後、精型剤が子を被覆し、数 面修飾のための樹脂徴粒子を被覆することが好ましい。 [0036] 本発明の着色剤は、平均粒径が100~330 nmの範囲の粒子として、静電荷現像用・ナー中に分散さ はたらとより、OHP 超過性も優れたものとなる。好ま しい平均粒径は 120~310mの範囲であり、好ましいも 有量は 5~14重量%の範囲である。

[0037] 本発明のトナーの体積平均位径 D<sub>500</sub> を 2 ~9 μm の範囲に、その体積平均位度分布指標CSD<sup>6</sup> (84 ルD<sub>16</sub> ) を 1.30以下に、その体積平均位度分布指標CSD<sup>6</sup> と数平均位度分布指標CSD<sup>6</sup> と 20 の 50 以上にすることにより、画質の補価性に優れた画像を形成できる静電布現像用トナーの提供を可能にした。好まし 30 い範囲は、D<sub>500</sub> が 3~8 μm、CSD<sup>6</sup> 1.0~1.28 (G SD<sup>6</sup>/CSD<sup>6</sup>) の比が30 の比が30 のとは30 の比が30 50 と1.2 の範囲である。

[0038] 本発明のトナーの体格では位置の5gv が 2 μ を下回ると、トナーの帯電性が不十分となり、現像性が低下する。また、 9 μ m を超えると、画像の解像性が低下する。また、 9 μ m を超えると、画像の解像性が低下する。体積平均位度分布指標(SDvが1.30を超えると、解像性が低下し、体積平均位度分布指標と数平均的度分布指標の比(GDv/GSDp)が0.95を下回ると、希理性的低下し、トナーの飛散、カブリ等の画像大低の原因とかる

40 [0039]本発明の体値平均配径、体積平均配度分布 指環及び数平均超度分布指標は、例えばコールターカウ ンターTA-II(日科磁社型)、マルチサイザーII(日 科磁社型)等の別定器を用いて割定することができる。 粒度分布は分割された粒度循囲(チャンネル)に対し、 体質、数、それぞれに小径側から昇積分布を描き、異積 16%となる粒径を体積平均配径 D<sub>16</sub>、、数平均配径 D 16p と定義し、また累積84%となる粒径を体積平均位 D<sub>24</sub>、、数平均位径 D<sub>84</sub>と定義し、これらを用いて体 復平均粒度分布指標GSDvは D<sub>84</sub>、D<sub>16</sub>、より求め、数平 均位度分布指標GSDvは D<sub>84</sub> D<sub>16</sub>、より求め、数平

[0040]また、本発明のトナーの形状係機5FIを110~140の範囲にすることにより、現像性、衛母性に優れた静電布現像用トナーの遊供を可能にした。5FIの好ましい範囲は、5FIが110~138である。上記の形状係数5FIは、形状係数の平均値(周囲長の2乗/投影面積)であり、次の方法で算出する。スライドグラス上に敷布したトナーの光学顕微鏡像をビデオカメラを通じてルーゼックス画像解析装置に取り込み、50個以上のトナーの、周囲長の2乗/投影面積(44/A)を計算し、平均値を求めて得たものである。

[0041] 本発明の静電荷現像用トナーの帯電量は、 20~40 μC/g の範囲、好ましくは20~35 C/gの範囲が適当である。帯電量が20 μC/g を下回ると背景汚れ(カブリ)が発生しやすくなり、40 μC/g を超えると画像譲度が低下しやすくなる。また、静電荷現像用トナーの夏揚(高温高温)における帯電盘と各場(低温低温)における帯電金の比は、0.5~1.5 の範囲、好ましくは0.7~1.3 の範囲が適当である。この範囲を全外れると帯電性の環境位存性が強く、帯電の安定性に欠けるので実用上好ましくない。

**合一し、死浄、乾燥してトナーを得る。なお、トナー形** [0042] 以下、本発明の静電荷現像用トナーの製造 方法について詳述する。 本発明に用いられる樹脂微粒子 [0043]また、前記の凝集工程において、樹脂徴粒 合する初期の段階では、予め各極性のイオン性分散剤の 性界面活性剤によりヘテロ凝集を生じさせることにより トナー径の磁集粒子を形成し、その後、樹脂微粒子のガ 子分散液、着色剤粒子分散液及U離型剤粒子分散液を促 量のパランスをずらしておき、ポリ塩化アルミニウム等 の後、ガラス転移点以下の温度で第1段階の母体疑集粒 ンスのずれを補填するような極性、鱼のイオン性分散剤 で処理された相脂微粒子分散液を添加し、さらに必要に は、特に制限はないが、一般に乳化重合法などによりイ 前記イオン性界面活性剤とは反対の極性を有するイオン の無機金属塩の重合体を添加してイオン的に中和し、そ 子を形成し、安定した後、第2段階としてイオン的バラ **応じて凝集粒子中の樹脂微粒子と追加樹脂微粒子に含ま** れる街脂のガラス気移点以下でわずかに加聚して、より 高い温度で安定化させたのち、ガラス転移点以上に加熱 **することにより騒集形成の第2段階で加えた粒子を母体 Б集粒子の表面に付着させたまま合一させたものでも良** パ 更にこの凝集の段階的操作は複数回、くり返し実施 してもよい。この2段階法は離型剤と着色剤の内包性を ラス転移点以上の温度に加熱して前配凝集粒子を融合・ し、着色剤粒子分散液及び離型剤粒子分散液と混合し、 状は不定形から球形までのものが好ましく用いられる。 オン性界面活性剤を含有する補脂微粒子分散液を闕製 向上させるのに有効である。

「10044] 本発明の樹脂微粒子として使用する重合体 は特に制限はないが、例えば、スチレン、パラクロロス

ය

を存款32410034 12 12 メゲインマンプロング 12034

9

アクリル酸n-ブチル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸 チレン、ローメチルスチレン毎のスチレン類;アクリル 2-エチルヘキシル、メタクリル数メチル、メタグリル数 るエステル類;アクリロニトリル、メタクリロニトリル 毎のピニグニトリグ数;ピニグメチグエーデル、ピコグ エチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸ラウリ ル、メタクリル町2-エチルヘキシル等のピニル甚を有す タジェンなどのポリオレフィン類などの単量体からなる 単独重合体、又はこれらを2種以上組み合せて得られる テル樹脂等、非ピニル協合来樹脂、又は、これらと前記 インブチルエーテル等のピニルエーテル類;ピニルメチ ケケトン、アニケエチケケトン、アニケインプロペニテ ケトン毎のアイプケトン数:エチフン、プロパフン、ブ 共重合体、さらにはこれらの混合物を挙げることができ る。また、エポキン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレ タン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエー アニケ米粧脂との高合物や、これのの状存下がアニケ米 単量体を重合して得られるグラフト重合体等を挙げるこ 数メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、 とができる。 2 ន

[0045] ビニル系華基存を使用する場合は、イオン性界面活性剤などを用いて乳化塩合を実施して植脂徴粒子分散液を作成することができる。また、その他の梅脂の場合は、油柱で水への溶解度の比較的低い溶剤に溶解するものであれば樹脂をそれらの溶剤に解かして水中にイオン性の外面活性剤や高分子電解質とともにホモジナイザーなどの分散機で水中に微粒を表すとして分数させ、その後加限又は成圧して溶剤を蒸散することにより、梅脂徴粒子分散液を作成することができる。これらの分散液中の樹脂模粒子の粒径はレーザー回街式粒度分布測定数電Lx-700(認品製作所製)で割定した。

[0046]本発明に使用できる確型剤は、ASIN D9418-8に確認して適定された主体癌大ビークが50~140 ℃の範囲にある物質が存まして、50℃未満である上定器等にオフセットを生じやすべなる。また、140 ℃を超えると定器偏度が高くなり、定器画像表面の平滑性が得られず光沢性を損なう。前窓の主体癌大ビークの適定はパーキネルマー社型のDSG-7を用いて行った。装置の検出部の温度構正はインジウムを用いて行った。装置の検出部の温度構正はインジウムを開いて、サンプルは、アルミニウム製パンを用い、対照用に空パンをセットし、昇温速度10℃に11で適度し

【0047】 簡型剤として使用する具体的な物質を创予すると以下のようになる。ポリエテレン、ボリブロピンン、ボリブテン等の低分子歯ボリオレフィン類・加能により軟化点を有するシリコーン類、オレイン酸アミド、エルが酸アミド、リンノーを酸アミド、ステレリン酸アミド等のような脂肪酸アミドが酸かがイナウベワックス、ドキのソックス、キャンプリラワックス、木中グ、キャ

[0048] これらのワックス類は、水中にイオン性界 一や圧力吐出型分散機を用いて強い剪断を付与して微粒 子化し、 1μm 以下の離型剤粒子の分散液を作成するこ ともに分散し、駱点以上に加敷しながら、ホモジナイザ ザー回析式位度分布測定装置1A-700(堀塔製作所製)で 面活性剤、高分子酸や高分子塩基などの高分子電解質と とができる。この分散液中の離形剤粒子の粒径は、レー

[0049] 本発明に使用する潜色剤は公知のものを使 チヤングレッド、パーマネントレッド4R、リソールレッ ク、酸化酶、二酸化マンガン、アニリンプラック、后性 また、黄色顔科としては、例えば、黄鉛、亜鉛黄、黄色 敬化鉄、カドミウムイエロー、クロムイエロー、ハンザ **ギフンツ、ベートギン下ギフンツCTR 、 アサンロンギフ** ダスレンブリリアントオレンジBK、インダスレンブリリ ペンガラ、カドミウムレッド、鉛丹、硝化水銀、ウオッ ド、ブリリアンカーミン38、ブリリアンカーミン68、デ 【0050】 셾色顔枠としては、赤色黄鉛、モリグデン ソツ、くラゼンギラング、 インジジンギランジョ・ イン フーキ、フーキフッドC 、ローズスンガル、Hおキツン イエロー、ヘンザイエロー106、 ヘンジジンイエロー6 イボンオイルレッド、ピラゾロンレッド、ローダミンB 、 くンシンン・HローCK、 スフン・Hロー、 サノコン **段、非磁性フェライト、マグネタイト等が挙げられる。** アントオワンジGK等が挙げられる。赤色顔枠としては、 用でき、例えば、黒色飯料としては、カーボンブラッ イエロー、パーメネントイエローNCG 体が掛げられる。 アッド、アリザリンワーキ俸が挙げられる。

ー、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオク **サファートなどが挙げられる。 茶色顔がとしては、マン** ガン核、ファストパイオレットB 、メチルパイオレット ファストスカイブルー、インダスレンブルーEC、アニリ [0051] 背色顔料としては、紺青、コパルトブル アルカリブルーレーキ、アクトリアブルーレーキ、 ングルー、ウルトラマリングルー、カルコオイルブル ー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブル レーキ等が挙げられる。

キ、ファイナルイエローグリーン6 毎が挙げられる。白 [0052] 緑色顔料としては、酸化クロム、クロムグ 硫化亜鉛等が挙げられる。体質概料としては、パライト リーン、ピクメントグリーン、マラガイトグリーントー 色顔枓としては、亜鉛鎌、酸化チタン、アンチモン白、 粉、炭酸パリウム、クレー、シリカ、ホワイトカーボ ノ、タルク、アルミナホワイト等が挙げられる。さら

に、染料としては、塩基性、酸性、分散、直接染料等の **各種染料、例えば、ニグロシン、メチレンブルー、ロー** メペンガル、キノリンイエロー、ウルトラマリンプルー

し、さらには固容体の状態でも使用できる。これらの着 【0053】また、これらの着色剤は単独で、又は混合 色剤は公知の方法で分散されるが、例えば、回転せん断

ター等のメディア式分散機、高圧対向衝突式の分散機等 使用する場合があるが、その際、酸価が10~50 mgKCHを **型ポモジナイザー、ボーグミル、サンドミル、アトサイ** 【0054】これらの着色剤は、極性を有する界面活性 剤を用い、 粒配ホモジナイザーによって水紙に分散して 有する体積平均粒径100 m以下の極性樹脂做粒子を0.4 ~10重量%、好ましくは1.2~5.0 <u>賃金</u>%の範囲で添加 して着色剤を被覆して使用することができる。 が好ましく用いられる。

(0055) 前記極性樹脂欲粒子の酸価が10 mgKOHを下 回ると、着色剤粒子のトナー中での分散性を得ることが 難しく、酸価が50 mgKOHを組えると、分散性は向上する ものの、前記の極性樹脂自体が高次構造を形成するた

め、トナーの定着特性を損なうことがある。

8

【0056】また、前記極性樹脂微粒子の欲加・付着量 **一に付着することが難しく、その結果、トナー中での着** 極性樹脂微粒子同士が過剰に凝集し、定着したOHPの が0.4 %を下回ると、着色剤粒子に付着はするものの均 色剤を好適に分散することが難しい。10%を超えると、 **透明性を損なうおそれがある。** 

し、前記の任意の分散機を用いて分散させた後、前記権 性樹脂微粒子を添加し、さらにホモジナイズして着色剤 いし、段階的に添加しても構わないが、付着性の観点か [0057] 前記極性樹脂微粒子は、公知の方法で被覆 できる。具体的には、疳色剤粒子とイオン交換水とを適 宜混合し、前記の任意の分散機を用いて着色剤粒子分散 液を作製した後、これに極性樹脂微粒子を添加・付着さ 粒子に付着させても構わない。さらにまた、前記極性樹 指徴粒子は、着色剤粒子分散液に一括して添加してもよ **の紙下しながら徐々に窓右するのが好ましい。 なお、い** の分散液中の着色剤粒子の粒径は、レーザー回析式粒度 せる。また、着色剤粒子とイオン交換水とを適宜混合 分布測定装置IA-100(梅姆製作所製)で割定した。

%に対して1~20盧量%の範囲で添加される。黒色塔色 對侯性、OHP透過性、トナー中での分散性の観点から 踏択される。着色剤の添加量は、トナーの樹脂100 重量 剤として磁性体を用いるときには、他の着色剤とは異な 【0058】本発明の着色剤は、色相角、彩度、明度、 り、30~100鱼鱼%の範囲で添加される。

ような磁性粉としては、磁場中で磁化される物質を用い 【0059】本発明のトナーを磁性トナーとして用いる 場合は、結婚樹脂中に磁性粉を含有させてもよい。 この る。具体的には、鉄、コパルト、ニッケル等の強磁性粉

は表面改質、例えば疎水化処理等を施しておくのが好ま 末、又はフェライト、マグネタイト等化合物を使用でき 磁性体の水層移行性に注意を払う必要があり、好ましく る。特に、本発明では、水陽中でトナーを得るために、

[0060] 本発明では、トナーの帯館性を一層向上さ る。帯観制御剤としては4級アンモニウム塩化合物、ニ 体からなる染料や、トリフェニルメタン米顔料などを使 七安定化させるために帯電制御剤を配合することができ 用することができるが、凝集や融合・合一時の安定性に グロシン米化合物、アルミニウム、鉄、クロムなどの鎚 影響するイオン強度の制御、既木の汚染低減のために は、水に溶解しにくい材料の方がよい。

カルシウム、成酸マグネシウム、リン酸三カルシウムな [0061] 本発明では、トナーの希観性安定化のため に、過式で無機徴粒子を添加することができる。無機微 粒子の例としては、シリカ、アルミナ、チタニア、皮酸 ど、通常トナー寮面の外添剤として使用される金Tのも のを、イオン性界面活性剤や高分子酸、高分子塩基に分 散して使用することができる。

[0.062]また、流動性付与やクリーニング性向上の 目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを 乾燥した後、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシ ル、シリコーンなどの樹脂徴粒子を乾燥状態で剪断力を かけてトナー牧酒に終むして消費杵曳剤やクリーニング ウムなどの無機徴粒子や、アニル米樹脂、ポリエステ 助剤として用いることができる。

散、艦型割の分散、それらの凝集、又は、その安定化な 【0063】本発明のトナーの製造方法において、樹脂 微粒子の乳化菌合、着色剤の分散、樹脂微粒子の既加分 どの目的で用いる界面活性剤を例示すると、硫酸エステ **ル塩系、スルホン酸塩系、リン酸エステル系、せっけん** 糸等のアニオン性界面活性剤、及びアミン塩型、4級ア ンモニウム塩型等のカチオン性界面活性剤を使用するこ とができる。また、ポリエチレングリコール系、アルキ **ラフェノーグエチアンギギサイド**左右を終、**多価ア**ルコ **ール系等の非イオン性界面活性剤を併用することも効果 わである。これらの分散手段としては、回転剪断型ホモ** ジナイザーやメディアを有するボールミル、サンドミ

【0064】また、本発明では、極性樹脂做粒子で被覆 (水、界面活性剤、アルコールなど) 中に溶解分散した した着色剤粒子を用いる場合、樹脂と着色剤を溶剤 ル、ダイノミルなどの一般的なものを使用できる。

水中に分散させ、加熱、域圧して溶剤を除去して得る方 生や、乳化塩合により作成された柑脂做粒子表面に機械 後、上記のような適当な分散剤(活性剤を含む)と共に 的な剪断力、又は電気的な吸着力で着色剤粒子を固定化 する方法などを採用することができる。これらの方法 は、凝集粒子に添加される着色剤の遊離を抑制したり 帯電性の着色剤依存性を改善することに有効である。

特許第3241003号

8

【0065】本発明では、融合・合一の終了後、任意の 先浄工程、固液分離工程、乾燥工程を経て所望のトナー を得ることができるが、死浄工程は、帯電性を発現・維 ことが好ましい。また、固液分離工程は、特に制限はな 用いられる。さらに乾燥工程も特に制限はないが、生産 性の点から凍結乾燥、フラッシュジェット乾燥、流動乾 時するため、十分にイオン交換水による個換洗浄を指す いが、生産性の点から吸引結過、加圧減過等が好ましく 験、複動型流動乾燥等が好ましく用いられる。

【0066】以上、本発明について説明したが、本発明 分散液を促合し、樹脂微粒子と着色剤粒子の経集粒子分 本発明は、少なくとも1ヵm以下の樹脂微粒子を分散し た祖脂徴粒子分散液、着色剤粒子分散液及び離型剤粒子 散液を形成した後、これを前配樹脂微粒子のガラス転移 **点以上の温度でに加熱して融合・合一して得られる静電** 2.0 ×10<sup>2</sup> ~3.0 ×10<sup>3</sup> Paの範囲にするか、動的粘弾性 **測定より求めた緩和時間0.01sec における椴和浄性卓G** かつ級和弾性率G (t=0.01)と級和時間0.1secにおける級 **街現像用トナーにおいて、トナー酸価を10~50 mg−KOH** とし、飯的粘弾性測定より水めた緩和時間 t = 10×Dt (Dt: 定着時の加製時間) における級右導性母G(t) が の特に好ましい態様を説明すると以下のとおりである。 (t=0.01) が2.0 ×10<sup>2</sup> ~3.0 ×10<sup>4</sup> Paの範囲にあり、 2

性、定着像付着性、定着像折り曲げ耐性、トナー内離型 定着画像耐久性を有する静電荷現像用トナー、及びその 哲寧在母G(t=0.1) との比G(r) [G(t=0.01)/G(t= BR>剤分散性、OHP 凝明性等の定路特性に優れ、高画質 0.1) 】が1.0~18.0の範囲にすることにより、剣磁 製造方法を特徴とする。

を分散した柑脂徴粒子分散液、着色剤粒子分散液、及び 離型剤粒子分散液を加えて混合し、無機金属塩の重合体 後、アルカリ下で前配爆集を停止し、次いで、これを前 配柑脂徴粒子のガラス転移点以上の温度でに加熱して融 N) により測定される着色剤粒子の中心粒径を100~330 の箔囲か合有され、から動む粘弾中側により状めた皺粒 時間 t =10×Dt(Dt:定着時の加熱時間) における観和 【0067】 即ち、少なくとも1ヵm以下の被脂徴粒子 を添加して樹脂微粒子と着色剤粒子の凝集体を形成した **資性母G(t) が2.0 ×10<sup>2</sup> ∼3.0 ×10<sup>3</sup> Paの範囲にする 合・合一して得られる静電荷現像用トナーにおいて、ト** か、動的粘導性資ぼより求めた機和時間0.01sac におけ (t=0.01)/G (t=0.1) 〕が1.0~18.0の街囲にするいと 被定着シートの斡艦性、定路像付着性、定路像折り曲げ ナー酸価を10~50 mg-KGH とし、遊過型電子顕微鏡(TE □ の範囲に着色剤粒子を分散した状態で4 ~15重量% の範囲にあり、かつ緩和導性率G (t=0.01)と撥和時間0. る磁的容性母G(t= 0.01) が2.0×10<sup>2</sup> ~3.0 ×10⁴ Pa により、トナーの定着時の溶融準動の制御を可能とし、 耐性に優れ、かつトナー構成材料の構造形成抑制によ |secにおける複布溶性母G (t=0.1) との比G (r)

特許第3241003号

3

2

り、トナー内離型別粒子及び着色剤粒子の分散性・内包 性の高い画質精細性に優れた静電荷現像用トナー、及び その製造方法を幹徴とする。

[0068]

分散液をそれぞれ調製し、これを所定量配合攪拌しなが\* [東插例] 以下、東指向により本発明をさらに辞しく説 明するが、これらにより本発明は限定されるものではな 配の樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、離形剤粒子 い。 本発明のトナーは、次の方法で製造した。即ち、下

(樹脂做粒子分散液の調製)

n-ブチルアクリレート ドゲガンヤオーグ アクリル酸 四臭化炭菜 スチアン

上記の成分を混合溶解し、他方、非イオン性界面活性剤 台路波を添加して分散し乳化して、10分間ゆっくりと提 /ニポール400 (花王社製) 6g、アニオン性界面活性 **町ネオゲンSC(第一工類製薬社製)10gをイオン交換水** 500gに溶解したものをフラスコ中に収容し、上記の混

イオン交換水溶液50gを投入した。次いた、米内を十分※ 件・現合しながら、過価酸アンモニウム4gを格解した

アクリル酸エチル

メヤフン

ン交換水50gを投入した。次いで、系内を重架で十分に大 上記の成分を混合溶解し、他方、非イオン性界面活性剤 550gに容解した溶液をフラスコに収容し、上記の混合 ノニポール 400 (花王社製) 6g、アニオン性界面活性 剤ネオゲンSC (第一工旗製薬社製) 10gをイオン交換水 容液を添加して分散、乳化し、10分間ゆっくりと攪拌・ 祝合しながら、過硫酸アンモニウム 1g を溶解したイオ

(塔色剤粒子分散液の関製1)

ムギン校技术

上記成分を混合容解し、ホモジナイザー (IKA 社製ウル ス)で5分間処理し、付着させた。この着色剤粒子を乾 **娘させSDM で観察したところ、着色剤の周囲に均一に極** 性樹脂微粒子が付着していることが観察された。この着 の着色剤粒子分散液を得た。さらにこれに酸価40mg/GH トラタラックス) により10分間分散し、中心粒径168nm 、粒径60mの極性樹脂粒子0.47重量期を注意深く満下 し、再度ホモジナイザー(IKE 社製ウルトラタラック 色剤分散粒子径は175㎞ であった。

[0072] (着色剤粒子分散液の調製2) 着色剤にシ アン顔料 (銅フタロシアニン815:3 : 大日精化社製) を 用いた以外は材料の着色剤粒子分散液の髑製1と同様に 散液を得た。

p Hを弱敵性から中性に調整した後、前記樹脂做粒子の 上記各位子の涵集体を形成した。無機水酸化物で米内の その後、十分な洗浄・固液分離・乾燥の工程を経て所望 \* 6、無機金属塩の氫合体を液加したイオン的に中和し、 ガラス転移点以上の温度に加熱し、融合・合一させた。 のトナーを得た。以下に、それぞれの材料の調整方法、 擬類粒子の作成方法の具体例を示す。

[6900]

6重量部 80角曲部 120重量部

4重量部 20年出部

※に選挙が置換した後、クラスコを攪拌しながらオイルバ スで系内が70℃になるまで加熱し、5時間そのまま乳化 鱼合を継続した。これにより樹脂做粒子の中心粒径 160 nm 、ガラス転移点58℃、**鱼金平均分子鱼Mw35000 の** アニオン性相脂徴粒子分散液を得た。

[0000]

(着色剤粒子被覆用極性樹脂微粒子の調製) アクリル数

70萬量部

24宜量部

6億曲部

★置換した後、フラスコを攪拌しながらオイルパスで采内 が70℃になるまで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継 **続した。これにより極性棋脂徴粒子の中心粒径60mm、ガ** ラス転移点-8℃、Mw12000のカチオン性樹脂做粒子 分散液を得た。この極性樹脂欲粒子の酸価は40mgであっ ន

**ポイオン牡界面陌衽剤ノニポール400 (花王社製) 黄色顔科PK180 (クラリアントジャパン社製)** 

して中心粒径167 回の着色剤粒子を分散した分散液を得 50

[0071]

5厘角部

50年年部

[0073] (着色剤粒子分散液の調製3) 着色剤にマ 40 ゼンタ顔料 (PR122 : 大日インキ化学社製) を用いた以 外は着色剤粒子分散液の調製1と同様にして中心粒径18 【0074】 (着色剤粒子分散液の調製4) 着色剤に黒 6nm の着色剤粒子を分散した分散液を得た。 200個曲部 نِي

類料 (カーボンブラック:キャボット社製) を用いた以 外は着色剤粒子分散液の調製1と同様にして中心粒径15 [0075] (着色剤粒子分散液の調製5) 極性樹脂微 位子の添加を省略した以外は着色剤粒子分散液の調製1 と同様にして中心粒径168mm の着色剤粒子を分散した分 9 回の着色剤粒子を分散した分散液を得た。

特許第3241003号 9

ន

٠.

61

[0076]

(離型剤粒子分散液の調製1)

5重量部 50重量部 パラフィンワックスHNP0190 (融点85℃、日本精蝋社製) カチオン性界面活性剤サニゾールB50 (花王社製) イオン交換水

で分散処理し、中心位径180 mの艦型剤粒子分散液を得\* 上記成分を95℃に加熱して、IKE 社製ウルトラタラック **スT50 で十分に分散した後、圧力吐出型ホモジナイザー** 

[実施例1]

上配着色剤粒子分散液の調製1 上記樹脂微粒子分散液

上記離型剤粒子分散液 ポリ猫化アルミニウム

**水溶液を用いて系内のpHを6.5 に調整した後、ステンレ** 上記の成分を丸型ステンレス製フラスコ中でIKE 社製の 後、加熱用オイルパスでフラスコを提择しながら51℃ま で加聚した。51℃で60分保存した後、ここに上記と同じ 【0018】その後、濃度0.5mo1/Lの木酸化ナトリウム **ウルトラタラックスT50 を用い十分に混合・分散した 樹脂徴粒子分散液を撥やかに60重量部追加した。** 

た。反応終了後、治却し、福通、イオン交換水で十分に **先浄した後、ヌッチェ式吸引値過により固液分離を行っ** た。これをさらに40℃のイオン交換水31 を用いて再分 散し、15分間300-pmで攪拌・洗浄した。この洗浄操作を uS/cm、被面扱力が71.2 kmol-1 となったところで、ヌ さらに5回繰り返し、複液の内が6.54、観気伝導度6.4 ッチェ式吸引濾過によりNo.5A ろ紙を用いて固液分離を **て複件を継続しながら97℃まで加熱して3時間保持し** 行った。次いで真空乾燥を12時間凝緩してトナーを得

像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散さ [0079] この時のトナーの体質平均粒径0<sub>50</sub> をコー **ルターカウンターで測定したところ6.2 μm 、体徴平均** 分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GS 数SF1 は130 で丸みを帯びたポテト形状であることが観 **森された。通過型電子顕微鏡観察(SEW) のトナーの断面** れており、その算術平均中心粒径は200 m、着色剤粒子 の中心粒径は176 mであり、着色剤粒子分散液中の分散 粒度分布指標GSD/は1.20であった。また、体徴平均粒度 ハp) は1.10でむった。ルーゼックス社駅のルーゼックス 画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状像 **系がほぼ推持されていた。このトナーの酸価を測定した** ところ18 叫-KOH かめらた。

【0080】さらに、動的粘弾性遡応より水めた、定格 (1) が 2.9×10<sup>2</sup> Paであり、破和時間0.01秒における极 01秒における複和弾性率G (t=0.01)と級和時間0.1 秒に **印導性率G(t=0.01) が 5.1×10³ Paであり、級和時間の** おける複和導性率G(t=0.1)の比G(t) [G(t=0.01)/ 時間100msec 、定着温度160 ℃における級和弾性率G

G(t-0,1) 〕が17.8であって、トナー内でにおいて着色 80無曲部 200萬量部 200重量部 50年年的 1.23重盘部 [0077]

定したところ23℃、60KRH 環境で-27 μC/g 、10℃、30 ず、良好な分敵状態を示した。このトナーの帯電性を測 MRH 環境で-29 μC/g 、さらに、28℃、85MRH 環境でも 剤粒子及び離形剤粒子が凝集による構造を生じておら

-24 nC/g と良好な帯電性を示した。 [0081] [0082] ន

[0083]

ス製フラスコを密閉し、攪拌軸のシールを磁力シールし

ところ5.7 μm、体徴平均粒度分布指標GSDvは1.19であ を用い、疑集終了時のpHを6.5 から7.2 に変更した以外 **は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナー** の体徴平均粒径D<sub>50</sub> をコールターカウンターや測定した った。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均位度分 実施例1において、着色剤分散液を顕製1で作製したも 30 **布插載CSDpとの比(GSDw/GSDp) は0.99でわった。** [0084] [玻焰则2]

【0085】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 180 回、着色剤粒子の中心粒径は175 回であり、着色剤 形状観察を行ったところ、粒子の形状保敷SF1 は140 で ポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡 観察(SEN) のトナーの断面像によると、トナー粒子中に 離型剤粒子が分散されており、その算術平均中心粒径は 粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナ ーの製笛を設定したところ18mgKOH ひをらた。

【0086】さらに、動的粘弾性態症より水めた、促着 (t) が 2.8×103 Paであり、級和時間0.01秒における极 01秒における級和弾性率G (t=0.01)と級和時間0.1 秒に トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形 成されていないことが思らかになった。 いのトナーの符 哲導性略C(t=0.01) が 2.8×103 Paであり、複名時間の **鶴柱を割定したところ23℃、60%RH 模塊で-28 μC/g、** 10℃、30%RH 環境で-32 μC/8、さちに、28℃、85%RH おける緩和弾性率G(t=0.1)と比G(t) が3.2 でわり、 40 時間240msec 、定着温度160 Cにおける扱和弾性率G 環境でも-27 μC/g と良好な帝電性を示した。

[0087] [城橋回3]

ය

束施例1の着色剤分散液の調製1において、極性樹脂微 位子分散液の添加量を0.47重量部から5.0 重量部に変更 し、着色剤母を15個鱼%とした以外は、実施例1と同様 体镜平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpと にしてトナーを得た。この時のトナーの体徴平均粒径D 50 をコールターカウンターで図定したところ5.7 μm 体徴平均粒度分布指標GSDvは1.19であった。また、

形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は131 で あり、着色剤粒子分散液中の分散系はほぼ推持されてい [0088] また、上記のルーゼックス画像解析装置で 丸みを帯びたボテト形状であることが観察された。透過 型電子顕微鏡観察(SDA)のトナーの断面像によると、ト ナー粒子中に離型剤粒子が分散されており、その算術平 **均中心粒径は240 m、着色剤粒子の中心粒径は160 mで** た。このトナーの数価を割定したところ49.9mgKOH であ の比(GSDv/GSDp) は1.03であった。

2.4×103 Paであり、級和時間0.01秒における級和学性 [0089] さらに、勧的枯弾性測定より求めた定着時 間15msec、定発温度160 ℃における機和弾性率G(t) が 昭C(t=0.01) が 7.3×10<sup>3</sup> Paであり、凝和時間0.01秒に おける极和弾性平G(t=0.01)と极和時間0.1 秒における 殺和彈性率G(t=0.1) と比G(r) が13.0であり、トナー 内部において着色剤粒子、艦形剤粒子の構造が形成され たいないことが明らかになった。 このトナーの格偶社を 30KRH 環境で-31 μC/g 、さらに、28℃、85KRH 環境で **鄧定したところ23℃、60%RH 環境で−30 μC/g 、10℃、** P-28 μC/g と良好な帯電性を示した。

[0091] [0092]

[0600]

[0093] [米掲倒4]

実施例1において、着色剤分散液を閲覧1から閲製3で 作製したものに変更し、着色剤量を4.5 重量%とした以 たところ5.9 μm、体徴平均粒度分布指標GSDvは1.18で 外は実施例1と回核にしてトナーを毎た。この時のトナ **一の体徴平均粒径D50 をコールターカウンターで測定し** あった。また、体積平均粒度分布指標CSDvと数平均粒度 分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp) は1.00であった。 【0094】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は134 で 型電子顕微鏡観察(SDV)のトナーの断面像によると、ト ナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その 2 目かめった。このトナーの数価を認定したところ19mg 丸みを苗びたポテト形状であることが観察された。通過 算術平均中心粒径は260 m、着色剤粒子の中心粒径は17

が 4.3×10<sup>2</sup>Pa であり、級和時間0.01秒における級和弾 [0095] おむに、慰包粘溶性超近より状めた低着時 問28 msec 、 定着温度150 ℃における极和強性率G(t)

20

で、30kRH 蝦夷で-30 uC/g 、さちに、28℃、85kRH 墩 性率G(t=0.01) が 2.2×10<sup>2</sup> Paであり、 扱和時間0.01秒 る磁和磁性等G(t=0,1)の比G(t)が6,0 であり、トナ 一内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成さ れていないことが明らかになった。このトナーの帯電性 における极和弹性率G (t=0.01)と极和時間0.1 秒におけ を測定したところ23℃、60KRH 環境で-28 μC/g 、10 **境でも-25 μC/g と良好な帯電性を示した。** [0096] [英格例5]

分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GS 実施例1において、着色剤分散液を閲製1から閲製4で 作製したものに変更した以外は実施例 1 と同様にしてト ナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径D50 をコー **ルターカウンターで測定したといろ6.1 zm 、体徴平均** 粒度分布指標GSDvは1.22であった。また、体積平均粒度 Dp) は0.94であった。

算術平均中心粒径は255 m、着色剤粒子の中心粒径は19 [0097]また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は130 で 丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過 型電子顕微鏡観察(SEM) のトナーの断面像によると、ト ナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その 6 四であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持さ れていた。このトナーの数価を創定したところ19mgKOH

が 6.1×102ba であり、緩和時間0.01秒における緩和弾 性率G(t=0.01) が 9.8×10<sup>3</sup> Paであり、緩和時間0.01秒 における級和導性率G (t=0.01)と級和時間0.1 秒におけ されていないことが明らかになった。このトナーの帯電 性を測定したところ23℃、60%RH 環境で-29 μC/g、10 C、30KRH 環境で-33 μC/g 、さらに、28℃、85KRH 環 【0098】さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着 る駿和海科華G(t=0.1) の比G(r) が5.0 であって、ト ナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成 時間31msec、定着温度150 ℃における极和導性率G(t) **鬼でも−27 μC/g と良好な帯電性を示した。** 【0099】 [狀指色6]

実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの ころ6.5 μm 、体積平均粒度分布指標GSDvは1.24であっ 異施例1において、着色剤分散液を調製1から調製4で 作製したものに変更し、その量を5重量%にした以外は **体徴平均粒径D20 をコールターカウンターで測定したと** た。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布 **指棋CSDpとの比(CSDv/CSDp) は1.25でもった。** 

8米観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は131 で ナー粒子中に離型割粒子が均一に分散されており、その 算術平均中心粒径は260 m、着色剤粒子の中心粒径は12 【0100】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 丸みを帯びたボテト形状であることが観察された。強適 型電子顕微鏡観察(SEM) のトナーの断面像によると、ト

**国であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持さ** れていた。このトナーの数価を創定したところ22mgKOH

て、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造 (t) が 8.0×10Pa であり、殺和時間0.01秒における殺 11秒における級和弾性率G (t=0.01)と級和時間0.1 秒に の帯電性を測定したところ23℃、60%RH 環境で-25 µC/ g 、10℃、30%RH 環境で-25 μC/g 、さらに、28℃、R5 [0101] さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着 が形成されていないことが明らかになった。このトナー 和学性母G(t=0.01) が 3.6×10<sup>3</sup> Paであり、緩和時間の 時間60 msec、定着温度150 ℃における級和磁性率G おける級和弾性率G(t=0.1)の比G(r) が 4.3であっ KRH 環境でも-22 μC/g と良好な帯電性を示した。 [0102] [実施例2]

2

したところ4.1 μm、体積平均粒度分布指標GSDvは1.23 であった。また、体徴平均粒度分布指標GSDvと数平均粒 い、磁集条件を97℃、3時間を41℃、16時間に変更した 以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のト ナーの体徴平均粒径Dgg をコールターカウンターで阅応 実施例1の着色剤分散液を調製1で作製したものを用 **英分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp) は1.29であった。** 

【0103】また、上記のルーゼックス画像解析装置や 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は129 で 丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。 透過 ナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その 真術平均中心粒径は180 nm、着色剤粒子の中心粒径は11 5 回であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持さ れたいた。このトナーの敬価を遡ぼしたところ17mgKOH 型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、

(t) が 9.2×10<sup>2</sup> Paであり、扱和時間0.01秒における級 らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23 μC/g 、さらに、28℃、85%RH 環境でも-22 μC/g と良 [0104] さらに、動的粘弾性測定より水めた、定権 和学性率G(t=0.01) が 2.1×104 Paであり、緩和時間の. 01秒における機和弾性率G(t-0.01)と観和時間0.1 秒に て、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子が疑集 体になっておらず、よく分散された状態にあることが明 C、60KRH 徴境で-25 μC/g 、10℃、30KRH 蝦境で-25 時間40 msec 、定着温度150 ℃における級和弾性率G おける級朽弾性奉G(t=0.1) の比G(r) が 1.1であっ 好な帯電性を示した。

**ごしたところ5.8 μ≡、体徴平均粒度分布指標GSDvは1. 東施例1の着色剤分散液の調製1において、着色剤分散** 液の配合量を80重量部から15重量部に、極性樹脂微粒子 分散液の添加量を0.47重量部から2.5 重量部に変更した 以外は、実施例1と同様にしてトナーを得た。この時の トナーの体徴平均粒径D20 をコールターカウンターで割 [0105] (米箱例8]

23であった。また、体徴平均粒度分布指標CSDvと数平均 【0106】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状保数2F1 は130 で 丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。通過 型電子顕微鏡観察(SEM) のトナーの断面像によると、ト ナー粒子中に離型剤粒子が分散されており、その算術平 均中心粒径は270 m、着色剤粒子の中心粒径は183 imで あり、着色剤粒子分散液中の分散系はほぼ維持されてい た。このトナーの製価を選応したところ14mgKGH かむっ 粒度分布指標GSDaとの比(GSDv/GSDp) は0.96であった。

【0107】 さらに、勧的粘溶性剖原より状めた庇治時 が 7.8×10<sup>2</sup> Paであり、級和時間0.01秒における級和導 性率G(t=0.01) が 6.3×10<sup>3</sup> Paであり、殺和時間0.01秒 における椴和導性率G (t=0.01)と椴和時間0.1 秒におけ る凝和弾性率G(t=0.1) と比G(r) が3.2 であり、トナ 一内部において着色剤粒子、艦形剤粒子の構造が形成さ れていないことが明らかになった。このトナーの帯亀柱 で、30%RH 環境で-30 μC/g 、さらに、28で、85%RH 環 間48 msec 、定着温度160 ℃における級和導性率G(t) を測定したところ23℃、60KKH 環境で-28 μC/g 、10 境でも-25 μC/Bと良好な帯電性を示した。 8

60分間に、挺集終了時の系内の叫を6.5 から5.8 に、融 トナーの体徴平均粒径D50 をコールターカウンターで測 22であった。また、体徴平均粒度分布指標GSDvと数平均 ナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その 合・合一条件を97℃、3時間から97℃、10時間に変更し た以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時の 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は118 で 型電子顕微鏡観察(SEM) のトナーの断面像によると、ト 算術平均中心粒径は730 m、着色剤粒子の中心粒径は18 丸みを帯びたポテト形状であるいとが観察された。強過 8 回であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持さ 定したところ7.4 μm 、体徴平均粒度分布指標GSDvは1. 【0109】また、上記のルーゼックス画像解析装置で **実施例1において、凝集条件を51℃、60分間から61℃、** れたいた。このトナーの数価を測定したところ17mgKOH 粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp) は1.14であった。 [0108] (実施例9] ន

【0110】さらに、動的粘弾性態成より状めた庇着時 性率C(t=0.01) が 5.1×103 Paであり、級和時間0.01秒 れていないことが明らかになった。このトナーの帯館性 が 1.2×10<sup>2</sup>pa であり、緩和時間0.01秒における緩和導 における极和弾性率G (t=0.01)と极和時間0.1 秒におけ る綴和学性毎G(t=0.1)の比G(r) は1.30であり、トナ 一内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成さ 関35 msec 、定着温度150 Cにおける极和導性率G(t) を測定したところ23℃、60%RH 環境で-27 μC/g 、10 であった。

で、30kRH 環境で-29 μC/g 、さらに、28で、85kRH 墳

(E)

布許第3241003中

**覚でも−23 μC/g と良好な帯電性を示した。** 

実施例1の着色剤分散液の調製1において、着色剤分散 [0111] [英格例10]

**体徴平均粒径D50 をコールターカウンターで測定したと** 実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの ころ6.2 um、体徴平均粒度分布指標CSDvは1.21であっ た。また、体積平均粒度分布指標CSDvと数平均粒度分布 液の配合量を80重量部から5重量部に変更した以外は **指棋CSDpとの比(CSDv/CSDp) は0.93でわった。**  【0112】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は134 で 均中心粒径は730 m、着色剤粒子の中心粒径は188 mで 丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過 型電子顕微鏡観覧(SEM)のトナーの断面像によると、ト ナー粒子中に離型剤粒子が分散されており、その算術平 あり、着色剤粒子分散液中の分散系はほぼ維持されてい た。このトナーの数価を刨戻したところ16mgKOH でむっ

は1.11であった。

[0113] さらに、勧的粘弾柱側向より状めた庇格時 が 2.0×10<sup>2</sup>pa であり、級和時間0.01秒における級和確 性ΦG(t=0.01) が 2.4×103 Paであり、複和時間0.01秒 れていないことが明らかになった。このトナーの帯配性 開26 msec 、定着温度160 ℃における級和硝性率G(t) における极和導性率G (t=0,01)と极和時間0.1 秒におけ る級和弾性容G(t-O.1) と比G(r) が1.1 であり、トナ 一内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成さ で、30%KH 環境で-29 uC/g 、さちに、28℃、85%KH 環 を測定したところ23℃、60kRH 環境で-26 μC/g 、10 **境でも-24 μC/g と良好な帯電性を示した。** 

実施例1において、離形剤分散液の添加量を50重量部か 更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この 平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp) は0.86であっ ら25重量部に変更し、凝集時間を1時間から4時間に変 で測定したところ9.0 μm、体積平均粒度分布指標GSDv は1.24であった。また、体徴平均粒度分布指標GSDvと教 時のトナーの体徴平均粒径D50 をコールターカウンター [0114] [実施例11]

[0115]また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は137 で 丸みを符びたポテト形状であることが観察された。透過 型電子顕微鏡観察(SEA)のトナーの断面像によると、ト ナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その 算術平均中心粒径は360 m、着色剤粒子の中心粒径は19 , 四であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持さ たたいた。このトナーの製価を製炉したところ21mgKOH

が 1.7×10<sup>3</sup>Pa であり、极和時間0.01秒における級和導 【0116】さのに、勢色粘砕和遊のより状めれば櫓降 間45 msec 、定着温度150 ℃における极和導性率G(t)

2

性率G(t=0.01) が 9.6×10<sup>3</sup> Paであり、緩和時間0.01秒 における級和弾性率G (t=0.01)と极和時間0.1 秒におけ る複和導性率G (t=0.1) の比G(r) 10.1であって、トナ 一内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成さ **にていないことが明らかになった。このトナーの帯電性** で、30%RH 環境で-28 μC/g 、さらに、28で、85%RH 環 を測定したところ23℃、60KRH 環境で-26 μC/g、10 **境でも-25 μC/g と良好な帯電性を示した。** 

実施例1において、橇形剤分散液の添加量を50重量部か を得た。この時のトナーの体積平均粒径D50 をコールタ ーカウンターで測定したところ6.1 μm、体積平均粒度 分布指標CSDvは1.21であった。また、体積平均粒度分布 ら 5重量部に変更た以外は実施例1と同様にしてトナー 指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp) [0117] (実施例12)

草術平均中心粒径は240 nm、着色剤粒子の中心粒径は17 【0118】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は129 で 丸みを疳びたポテト形状であることが観察された。強過 型電子顕微鏡観察(SEM) のトナーの断面像によると、ト ナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その 3 四であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持さ れたいた。このトナーの製価を割成したところ12mgKOH **であった**。

[0119] さらに、動的粘弾性測定より求めた定番時 が 9.6×102pa であり、超和時間0.01秒における超和弾 性率G(t=0.01) が 9.6×103 Paであり、撥和時間0.01秒 性を測定したところ23℃、60%RH 環境で-27 μC/g、10 における綴和弹性率G(t=0.01)と級和時間0.1 秒におけ ナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成 されていないことが明らかになった。このトナーの帯亀 C、30%RH 環境で-28 μC/8 、さちに、28℃、85%RH 骙 **間60 msec 、定着温度160 ℃における扱和弾性率G(t)** る級和海性等G(t=0.1)の比G(r) は3.4 であって、 **境でも-27 μC/g と良好な帯電性を示した。** 8

散液を調製 1 から觸製 5 (着色剤への極性樹脂微粒子の と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体積平均 【0120】 [比較例1] 実施例1において、着色剤分 被覆を省略) で作製したものに変更した以外は実施例1 た、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GS 粒径Dgo をコールターカウンターで測定したところ6.8 um、体徴平均粒度分布指標GSDvは1.22であった。ま Dbとの比(GSDv/GSDp) は1.01であった。

ナー粒子中に雕型剤粒子が一部凝集しており、その算術 形状観察を行ったところ、粒子の形状保敷2F1 は133 で 丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過 型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、ト [0121]また、上記のルーゼックス画像解析装置で 平均中心粒径は1390 m 、着色剤粒子の中心粒径は270

□であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持され たいた。このトナーの製価を辺定したところ9.8mgKGHや

一内部においては潜色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成 が 4.8×10³pa であり、极和時間0.01秒における級和弾 性率G(t=0.01) が 4.2×10g Paであり、級和時間0.01秒 されていることがことが明らかになった。このトナーの 、10℃、30%RH 環境で-39 μC/g 、さらに、28℃、85% [0122] さらに、動的粘弾体測定より状めた定着時 における撥和弾性率G(t=0.01)と級和時間0.1 秒におけ る級和彈性率G(t=0.1) の比G(r) 0.8 であって、トナ **蜀60 msec 、定着温度160 ℃における扱和弾性率G(t)** 帯電性を測定したところ23℃、60%RH 環境で-24 µ C/g RH 環境でも-26 μC/g と良好な帯電性を示した。

で測定したところ8.1 um、体積平均位度分布指標GSDv [0123] [比較例2] 実施例1において、着色剤分 **樹脂微粒子分散液の迫加量を60重量部から15重量部に変** 更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この は1.25であった。また、体積平均粒度分布指標6SDvと数 平均粒度分布指標GSDrとの比(GSDv/GSDp) は1.21であっ 時のトナーの体積平均粒径D<sub>50</sub> をコールターカウンター 教液(閲製1)の添加量を80重量部から16.5重量部に、

型剤粒子が分散されていたが、極性樹脂粒子の凝集体が 四、着色剤粒子の中心粒径は191 mであり、着色剤粒子 分散液中の分散系がほぼ推持されていた。このトナーの 【0124】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は140 で 不定形状であることが観察された。 透過型電子顕微鏡観 索(SEN)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離 生成していた。また、離型剤の算術平均中心粒径は270 数値や図炉したといる61mgKOH かめらた。

性率G(t=0.01) が 5.3×10<sup>4</sup> Paであり、緩和時間0.01秒 で-41 μC/8、10℃、30%RH 環境で-53 μC/8、さらに [0125] さちに、動的粘弾性測定より求めた定着時 が 1.8×10<sup>2</sup>pa であり、擬和時間0.01秒における極和弾 における級和弾性率G(t=0.01)と級和時間0.1 秒におけ のトナーの帯電性を測定したところ、23℃、60KRH 環境 る綴和母性母G(t=0.1) の比G(t) は25.5であった。こ 閲270msec 、定着温度150 ℃における優和弾性率G(t) 28℃、85%RH 環境でも-18 μC/g を示した。

[0126] [比較例3] 実施例1の着色剤分散液の観 製1において、梢脂微粒子分散液の追加盘を60重量部か った。また、体積平均粒度分布指標CSDvと数平均粒度分 ら0.2 重量部に、凝集終了時の叫を3.6 に変更した以外 は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナー の体徴平均粒径D20 をコールターカウンターが倒定した ところ9.2 μm、体積平均粒度分布指標GSD/は1.27であ 布指標GSDrとの比(GSDv/GSDp) は1.34であった。

ജ 【0127】また、上記ルーゼックス画像解析装置で形

状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は108 で球 形状であることが観察された。強過型電子顕微鏡観察(S 位子が一部級集しており、その算術平均中心粒径は2730 **国であった。なお、着色剤粒子の中心粒径は370 国であ** った。このトナーの製価を測定したところ16mgKOH かめ BM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤

**萨軒第3241003号** 

(14)

[0128] さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時 が3.4×103 Paであり、級和時間0.01秒における緩和弾 性率G(t=0.01) が 8.1×104 Paであり、趨和時間0.01秒 における擬和弾性率G (t=0.01)と級和時間0.1 秒におけ る機和弾性率G(t=0.1) の比G(r) は0.9 であった。こ のトナーの帯電性を測定したところ23℃、60KRH 環境で 関40 msec 、定着温度160 ℃における級和弾性邸G(t) -30 nC/g 、10℃、30%RH 環境で-62 nC/g 、さらに、 28℃、85%KH 環境でも-26 μC/g を示した。

[0129] [比較例4] 実施例1において、離型剤分 散液の添加盘を50重量部から27重量部に、脳集終了時の **山を6.5 から7.2 に変更した以外は実施例1と同様にし** てトナーを得た。この時のトナーの体徴平均粒径Dgo を コールターカウンターで測定したところい3 μm、体徴 平均粒度分布指標GSDvは1.31であった。また、体積平均 粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSD v/GSDp) は1.25であった。 ន

型剤が一部凝集しており、その算術平均中心粒径は1660 [0130] また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は145 で 四であった。また、着色剤粒子の中心粒径は390 四であ 不定形状であることが観察された。強過型電子顕微鏡観 蔡(SEW) のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離 た。いのトナーの製価を営成したといろ19mgKGH かむら 9、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されてい

されていることが明らかになった。このトナーの帯勧性 [0131] さらに、動的粘弾性測定より水めた定着時 が 3.1×109a であり、緩和時間0.01秒における緩和導 性率G(t=0.01) が 9.3×104 Paであり、複和時間0.01秒 る极和弾性母G(t=0.1) との比G(r) は30.0であり、ト ナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成 を閲定したところ、23℃、60%RH 環境で-17 μC/g 、10 における級和弾性率G (t=0.01)と級和時間0.1 秒におけ C、30%RH 環境で-21 μC/8 、さらに、28℃、85%RH 環 閏100msec 、定着温度160 ℃における級和弾性率G(t) <del>\$</del>

境で-14 μC/g と低い帯電性を示した。 【0132】 [比較例5] 実施例1において、離型剤分 ら83℃に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを 得た。この時のトナーの体積平均粒径D50 をコールター 教液の添加盘を50重量部から3.5 重量部に、凝集条件を 51℃、60分から41℃、30分に、融合・合一温度を97℃か カウンターで創定したところ2.7 μm、体質平均粒度分

g

[0136] (評価方法)

の対解力の遺伝

S S紙上に定着を行った後、以下の手順や刺艦試験

**歯定着装置を用いて、オイルレス定着法で被定着体の J** 

と同型の金属製の刺離爪(図1参照)を作製し、その剣

駿笛を遺房したところ15.5mgKOH であった。

艦爪の斜線部分を切り欠き、蚤みゲージ((株) 共和電業

社製:KFG-1-120-C1-16)を接着した。

(2) 分類を用いて刺離爪にかかる荷重と爪の蚤みの関係 (3) 加熱ロールの中央部分に、図2のようにロールの周 (4) 上記のように加工した加製ロールをA-Color935 (種 の構中に先端部分が入り、且つ加黙ロール本体には接触 しないように、定着装置本体に刺騒爪を固定した。(図

を求め、換算曲線を作成した。

**土ゼロックス社製)改造定着装置にセットし、さらにそ** 

**に沾した鰡4 冒 、深が1 昌 の鍼か改らた。** 

(I) A-Color935 (富士ゼロックス社製) に用いているの

定着装置の準備

4

作群第3241003号

(16)

3

32

布指標CSDvは1.34であった。また、体徴平均位度分布指 類GSDvと数平均粒度分布指額GSDpとの比(GSDv/GSDp) は

祭(SGA) のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離 形状朝冀を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は144 で 音色剤粒子の中心粒径は178 回であった。このトナーの [0133]また、上記のルーゼックス画像解析装置で **下定形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観** 型剤が分散しており、その算術平均中心粒径は100 ㎜、

【0134】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時 が 5.1×10<sup>3</sup>pa であり、超和時間0.01秒における超和導 性率G(t=0.01) が 7.2×104 Pa であり、緩和時間0.01 秒における級和弾性率G(t=0.01)と級和時間0.1 秒にお 毀境で−17 μC/g 、10℃、30%H 環境で−20 μC/g 、さ らに、28℃、85%KH 環境で-11 μC/g と低い帯電性を示 関30 msec 、定着温度150 ℃における扱和導性率G(t) た。このトナーの帯包性を測定したところ23℃、60%RH ける複和降性母G(t=0.1) との比G(r) は19.2であっ

[0135] (現像剤の閲製) 実施例1~14及び比較 例1~5で得たトナーを50gに対して、疎水性シリカ

分間攪拌混合して実施例1~14及び比較例1~5の現\* クリレート (総研化学社製)を1重量%コートした平均 粒径50μm のフェライトキャリアを用意し、上記の外歃 (キャボント社製、TS 720) 0.5 塩盘%を添加し、サン プルミルで混合して外添トナーを得た。他方、ポリメタ トナー強度が5%になるように存由してボールミルで5

ス社製)改造定着装置に未定着画像を通し、その際の剣 共和電鰲社製:DMD-711B)で館み取って、前項(2) で作 成した換算曲線より刺離力を求めた。剣艦力Fの判定基

**構爪の鱼みを垂みゲージに梭練した動鱼み測定器((株)** 

**帄項(4) でセッティングしたA-Color935 (富士ゼロック** 

[0137] 剥離力の測定

単は以下のとおりである。

:剣艦は可能であるが、蜘艦のストレスで画像むら等欠損が :被庇着体は庇着ロールから何等問題無く剣鶴する。 20gf<F ≦35gf

35gf<F ≦50gf

発生する。

:蜘艦が不安定になり、一部定路ロールへの巻き付きが発生

ι<sub>≭</sub>ν,

:彼定着体は刺艦不能となり、全て定着ロールに巻き付いて 50gf<F

【O138】 Øオフセット温度の測定

発生した時の温度をオフセット温度とした。本試験にお 1-Color935 (富士ゼロックス社製) 改造定落装置を用い て測定した。加絮ロール温度を150 でから200℃まで いて、赤発生と設記したものは200℃までオフセット 5.℃かつ昇温させ、オフセットの発生を目視で確認し、 が発生しなかったものである。

[0139] ⑤定着画像の折り曲げ配性

レスを加え、画像の欠損の度合いを目視で判定した。判 A-Color935 (富士ゼロックス社製) 改造定整装置を用い て定者画像を作成し、その後、定着画像に折り曲げスト 定基準は以下のとおりである。

G 1: 定着画像に欠損は発生しない。

(0141) G2:折り目に極微量の欠損が認められたが、実用上間

G3:目視ではっきりと確認できる程度の画像欠損が発 生する.

題の紙こてペテかわる。

G4:折り目を中心に著しい画像欠落が発生する。

[0140] @闽知识数 ç

ロックス社製)改造定着装置に適用して定着画像を作成 実施例1~14及び比較例1~5の現像剤並びにAcolor 用上質紙及びAcolor用Off シートをA-Color935 (富士セ リ、及び表面光沢性を評価した。また、定着体をOHP シートに代えて定着画像を作成し、OHPの透明性を辟 して、目視により画像の鮮明性、トナーの税散、カブ **価した。評価の結果は扱1~4に示した。** 

安施倒3 7.3×103 2.4×10<sup>3</sup> 13.0 49.9 200 超 G1 9 2 240 9 29 9 0 131 8 4 8 0 0 0 0 0 0 240 160 2. 8×10³ 5.8×10\* 実施例 2 200 超 . 13 0. 99 92 G1 윮 유 ន្ទនុ 175 6 5.3 ន 2 O 0 0 0 0 O O 100 160 2. 9 × 10<sup>2</sup>  $5.1\times10^{3}$ 來施例 1 200 趣 17.8 8 30 61 82 176 -24 2 0 0 0 O O 0 0 トナーの報価 (mg-KOH) 能型剤の中心粒径 (19) 発色剤の中心粒径 [pim] 合有器 (重量%) ++- の茶鶴県 (μC/g) 23°C68%RH 做粒學供母G (1=0, 01) 含有量 (重量%) ŝ C (t=0, 01) /C (t=0, 1) GSDv/GSDp 10°C30%RH 28°C 86%RH 於着時間 (msec) 放着過度 (PC) 被和學性器 (Pa) オフセット温度 トナーのりょい ŝ 折り曲げ配件 画像の鮮明性 OHP透明性 雕型剂分散性 着色素分散性 トナーのSF1 トナー米散 安西光內柱 対無力ド カブリ

[聚2]

[0142]

8

٠

60 160 9, 6 × 10\*

45 150 1.7×10³

26 160 2.0×10\*

35 150 7. 2×10³

定着時間 fmsec) 定着温度 (C) 級和彈性率 [Pa]

6.8×10

9.6×10° 10.1

2.4×10° 1.1

5.1×10° 1.3

級和弹性率6 (t=0.01) 6 (t=0.1) トナーの製御信号-KCH 蘇型剤の中心粒径 pm 含有量 (重量%)

25

85

75

2 5 380 5 2 3

92

11 85 c 173 6.5

197 6. 5

88 9

6.5

着色剤の中心粒径 (四)合有量 (重量%)

実施例12

**米施列11** 

大杨月10

実施例9

(18

32

<u>.</u> • 48 160 7. 8×10\* 8年版 6 3×10\* 200£ ල ල 2 2 3 2 2 3 61 0 O 0 0 0 7 8 2 9 <u>9</u> 덣 ឌ្នូង 2 0 0 46 150 9. 2×10\* 2 LX30\* 突胎別7 200年 1 23 E23 61 = **9** 0 0 0 0 0 0 0 8 3 9 8 ស់ ស់ ន់ 60 160 8. 0×10\* 3.6×10\* **对范**罗6 2006 en -# 5 ដ 떶 o 0 0 o 0 **8** 2 131 ង់ង់ង់ 0 0 ឌ្ឌ ទ 31 150 6. 1 ×10\* 9.8 ×10° 5.0 光確定5 200 AE 6. .. 6. 22. 23. 24. <u>c</u> ∞ 0 0 0 0 O 55 55 52 396 ន្ទ ង្ខង 0 0 9 28 150 4.3 ×10\* 2 2×10 MED 4 200 **(B** 9 5.9 1.18 1.00 G 0 0 0 0 0 ਫ਼ 9 0 0 61 8 2 172 4.5 ន់ ខំ <del>ខ</del>ែ ↑↑ の特別金 (μ C/g) 23\*C68508 10\*C30508 28\*C35508 (1247) 1444 145 (1-0.01) C(1-0.01) /C(1-0.1) 服型研の中心包径 (m) 含有量 (重量%) 着色列の中心校径 [m] 含有量 (無量%) トナーの製田 fag-KOH オフセット過度 (C) (B) (B) (B) 定者時間 (msec) 定者過度 (TC) 發和彈性率 (Pa) 配像の鮮明性 着色和分散性 17-00.ev OHP透明性 **展型和分散性** がり 色が配料 1920-44 ナーを表 教団光文社 即離力下 カブリ

[0144]

[泰4]

0

**都型和分散性** 着色和分散性

表面光沢性

OHP地址

ナナー非数

サブラ

0

0 0 0

> 0 0 0 0 0

0

0 0

0 0 0 0 0 0 0

0 0 0 0 O

200組 G

200超

200 92

200桓 **G**2

オフセット温度 (\*C)

**刺離力**F

所り曲が配札 国像の鮮明性

22

ន

12

₽ 88 ₽

\* \* \*

ង់ង់ង់

នុនុនុ

ト・の帯電路 (μC/g) 23で68KBI 10で30KRB 28で85KBI

8

137

훒

118

トナーの知

7.4 1.22 1.14

ht-t-Odest CSDr CSDr/GSDp

[0143]

[兼3]

(13)

特許第3241003号

(61)

8

特許第3241003号

	ILEXON I	HERON 2	1562013	HEROTO 4	ADERION S	
定者時間(asec) 定者提便(TC) 與和對性語(Pa)	4. 8×10*	270 150 1. 8×10³	3.4×10	100 160 3.1×10°	5. 150 5. 1×10°	
超和新性等(1-0,01) C(1-C,01)/G(1-0,01)	4.2×10°	5.3×10*	å 1×10* 0.9	9,3×10*	7.2×10* 19.2	
トナーの政府(128-100円)	8 6	19	91	19	15.5	
幕型和の中心故径(nr) 会有量(数量%)	01 0621	570 4.5	2730	1660	00.4 0.4	
から和の中心を経(ng) 会有量(仮量%)	270 6.5	191	370 5.5	390	178 6.0	
トナーのDate CSbv CSbv(CSD)	821 101 101	8.1 1.25 1.27	9.1.1.1.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.2.	7.3 1.31	2.7 1.34 1.37	
1+-06P1	81	140	108	145	144	
19- の帯電像(μC/g) 27'C6858H 10'C3058H 28'C8528H	នុខនុ	<b>∓</b> \$3°	នុងនុ	-17 -21 -14	<u>+-5-1</u>	
剝標力F	ន	B	45	92	951	
オフセット協成(で)	081	180	180	175	160	
折り曲げ番柱	C3	15	63	64	61	
面像の時期性	0	×	×	×	×	
トナー飛鉄	0	0	0	×	×	
カブリ	. 0	0	0	×	×	
OHP透明性	<b>西迪光量低</b>	像やや肌み	像中中黑衫	や器や	報み	
模型亦分散性	×	×	×	×	x	
名色和分散性	×	×	×	×	×	
表面光识性	0	0	×	×	×	
50本	*)高部高 限でカブリ 発生	*) 面像選 文化下、高 資高投でカ ブリ発生	*)低磁质 设订圆像量 全低下	*)高部高 設理地下回 像不辞明、 ゲー飛散、 ケブリ発生	*) 国9.第 反伍下	

り等の欠陥を全く認めることができなかった。また、上 記のトナーの定着性をA-Color935(富士ゼロックス社製)改造定着装置を用いて調べたところ、パーフルオロ ことができた。そして、定着シートの衰固光沢性も良好 [0145] (結果) 数1~4より明らかなように、実 **始例1~14のトナーを用いて定着画像を作成したとき** アルコキンエーテル(PFA) チューブローラーによる刺艦 性、光沢性(グロス)は全て良好であり、定着ローラー から定着用シートを何ら抵抗を受けることなく刺離する OHPシートの透明性も良好であり、濁りのない透過像 には、いずれも画像は鮮明であり、トナーの飛散、カブ たむした。 むのに、 駅衙回 1~8 のトナーかOH P ソー トに通用して上記と同様に定着画像を作成したところ、 を得ることができた。

**光量が内部の光散乱で核少し、投影像の精細性がやや板** トナーをOHPシートに適用すると、OHP画像は透過 【0146】比較例1のトナーを上記と同様に適用する と、着色剤の内包性が不十分であり、高温高視の環境に bvでは脊髄に悪影響を及ぼした。また、オフセット現 取と低温側の剣艦不良が発生した。さらに、比較例1の

【0147】比較例2のトナーを上配と同様に適用する 下していることが観察された。

像濃度が低いものであった。また、高温高湿環境下では 帯電量の低下がみられ、カブリが発生した。 さらに、刺 が観察された。比較例2のトナーをOHPシートに適用 と、通常の蝦塊及び低温低湿の蝦塊で帯電量が高く、画 すると、OHP画像はやや黒みを帯びていることが観察 艦性についたは、オフセット現象や、低温側の剣艦不良

【0148】比較例3のトナーを上記と同様に適用する 濃度が低いものであった。また、表面光沢度は不均一で **もした。 <u>坐</u>艦性にしいたは、 オフセット現象や低温側の 剣艦不良が観察された。さらに、比較例3のトナーをO** HPシートに適用すると、OHP回像は開みを帯びてい と、通常の凝境、低温低極の環境で帯観曲が高く、画像 ることが観察された。 された。 **\$** 

[0149] 比較例4のトナーを上記と同様に適用する **剣酷性は良好でむったが、定着画像の折り曲げ耐性が著** と、すべての瑕煩において、帯観が低く、かぶり、トナ 一飛散が発生し、鮮明な画像は得られなかった。また、

S

80

特許第3241003号

より、定着シートの剣雄性、定着像の付着性、定着像の 折り曲げ耐性、トナー内の艦型剤分散性、トナー内の着

色剤分散性、OHP透明性等の定着特性に優れ、かつ、

**高画質な定着画像の提供が可能になった。** 

しく低下した。さらに表面光沢は均一であったが、オフ セット現象や、低温側の 刺離不良が観察された。さら と、OHP画像はやや馬みを帯びていることが観察され にまた、比較回4のトナーをOHPシートに適用する

٠...

**固光沢性も不均したあった。さらに、比較例5のトナー** をOHPシートに適用すると、OHP画像は馬みを帯び 【0150】比較例5のトナーを上記と同様に適用する し、鮮明な画像が得られなかった。刺離性試験において ローラーへの巻き付けが発生した。また、定着画像の麥 と、通常の環境において、かぶり、トナー飛散が発生 ていることが観察された。

[発明の効果] 本発明は、上記の構成を採用することに [0151]

【図1】本発明の剣権力の測定に用いる剣権爪の断面図 [図面の循単な説明]

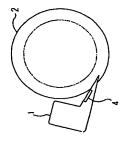
[図2] 本発明の刺戯力の測定に用いる加敷ロールの斜 視図である。 **ఉ**వ.

【図3】本発明の剣艦力の測定において加熱ロールと剣 離爪との関係を示した断面図である。

[你号の説明]

1 蜘艦爪、 2 加索ロール、 3 切り欠き部、 4 歪みゲージ

[図 図



レロントページの結果

(72) 発明者

ロックス株式会社内

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼ

(72) 発明者

(56)参考文献 特開 平9-6042 (JP, A)

(58) 調査した分野(Int. Cl. 7, DB名)

庄子 穀

**冲奈川県南足桥市竹松1600番地 富士ゼ** 

松村 保持机

ロックス株式会社内